

## 明細書

### 窒化アルミニウム接合体及びその製造方法

#### [技術分野]

本発明は、窒化アルミニウム焼結板の間に焼結金属層を挟んで接合した窒化アルミニウム接合体に関するものであり、特に、半導体ウェハーを載置して処理するための静電チャックとして半導体製造プロセスで好適に使用される窒化アルミニウム接合体及びその製造方法に関する。

#### [背景技術]

シリコンウェハー等の半導体ウェハーに膜付けやエッチングなどの処理をおこなう工程では、半導体ウェハーに形成される半導体チップの微細化に伴い、ドライプロセスが中心になってきている。さらに、半導体チップのコストダウンのための歩留まり向上のため、半導体ウェハーの大型化も進んでいる。このような現状下において、半導体製造プロセスにおいて半導体ウェハーを載置するするために使用される支持台としては、静電チャックが使われるようになってきている。静電チャックでは、半導体ウェハーの裏面全体を静電吸着して保持することができ、それによって、半導体ウェハーの処理面の全体にわたって膜付けやエッチング処理が可能となるからである。

ところで、半導体製造工程におけるドライプロセスでは、エッチングガスや膜付け(deposit)処理後の真空容器内のクリーニングガスとして、プラズマ励起された、塩素系やフッ素系のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、プロセス条件によっては、急速な加熱や冷却を行うこともある。さらには、大型化された半導体ウェハーについては、均質な薄膜を精度良く膜付けすることが要求され、また半導体ウェハー上に形成された大面積の各種薄膜を均一にエッティングすることも要求される。従って、静電チャックには、プラズマ励起されたハロゲン系腐食性ガスへの耐食性や耐熱衝撃性に優れ、しかも高い熱伝導性を備えていることが要求される。

静電チャックの構造は、セラミックス基板上に高融点金属よりなる焼結金属

層を電極として設け、その上に誘電層となるもう一つのセラミックス基板を接合したものが一般的であり、セラミックス基板上に半導体ウエハーが載置される。従って、上記の要求を満足させるため、このようなセラミックス基板として、窒化アルミニウム焼結体製のものが使われるようになってきている。

また、上記の静電チャックにおいては、半導体ウエハーとセラミックス基板との接触面から焼結金属層までの距離（即ち誘電層の厚み）を均一にすることが、半導体ウエハーの裏面全面を均一に吸着して安定に保持するために必要である。

従来、2枚の窒化アルミニウム焼結体板の間に焼結金属層が形成されている窒化アルミニウム接合体は、焼結する際の寸法変化による問題を回避するため、窒化アルミニウム焼結体板を製造した後、一方の焼結体板の表面に導電性ペーストを塗布した後、焼成して焼結金属層を形成し、次いで、接着剤を介して他方の焼結体板を接合することにより製造されている。

上記のような製造法において、下記の先行技術A～Cには、比較的大きな厚み（15～100μm程度）の焼結金属層を形成するために、焼結体基板に溝を設け、この溝内に導電性ペーストを充填して焼結金属層を形成することが提案されており、また、このような手段によれば、焼結金属層の反りが抑制され、基板表面から均一な距離で焼結金属層が形成された窒化アルミニウム接合体が得られることが報告されている。

先行技術A：特開2002-57207号公報

先行技術B：特開2002-176096号公報

先行技術C：特開2002-173378号公報

ところで、静電チャックでは、通常、1kV以上の高電圧を前記焼結金属層に印加し、誘電層（セラミック基板）に静電吸着力を発生させる。また、最新鋭の半導体装置においては、ドライエッチング工程やCVD工程の真空チャンバー内で、静電チャックは、電気的に見ても厳しい環境下に置かれる。即ち、このような真空チャンバー内にはハロゲン系腐食性ガスあるいは反応ガスが導入され、例えば13.56MHzの高周波を2～3kVの高電圧で印加することによりプラズマを発生させる。このため、半導体ウエハーをしっかりと吸着

保持するため、静電チャック（焼結金属層）には直流高電圧が印加される。

従って、窒化アルミニウム接合体を静電チャックとして使用する場合、焼結金属層には、極めて高い導電性が要求されるが、前述した方法で得られる窒化アルミニウム接合体では、焼結金属層の導電性が低いという問題がある。即ち、導電性が低いと、その抵抗により、焼結金属層の平面方向に高い電位差が生じ、静電吸着力に高低が生じてしまい、特に、焼結金属層の周辺においては、絶縁破壊が起こり易いという問題が懸念される。

そこで、焼結金属層の導電性を向上せしめる方法としては、粒径の小さい金属粒子を含有する導電性ペーストを使用し、該焼結金属層を緻密化することが考えられる。しかしながら、粒径の小さい金属粒子を含有する導電性ペーストを使用した場合、焼成時の収縮が著しく、前記製法により窒化アルミニウム接合体を製造した場合、焼結金属層に反りが生じ易くなり、特に、AIN焼結体板の表面に溝部の如き凹部を形成して、焼結金属層の厚みを $15\sim100\mu m$ と比較的厚く形成した場合には、得られる接合体においても著しい反りを発生することとなる。

さらに、公知の製法で得られた窒化アルミニウム接合体では、焼結金属層と窒化アルミニウム焼結体板との接合強度が低いという問題もあった。

### [発明の開示]

従って、本発明の目的は、比較的大きな厚みを有し且つ導電性の高い焼結金属層を内蔵し、しかも、反りの発生が極めて小さく抑えられ、さらには焼結金属層と基板との接合強度も高く、静電チャックの用途に好適な窒化アルミニウム接合体及びその製造方法を提供することにある。

本発明者らは、上記課題を解決するため銳意研究を重ねた。その結果、窒化アルミニウム焼結体板の表面に設けた凹部に、特定の小さい粒径に制御された金属粒子を導体成分として含有する導電性ペーストを充填し、この窒化アルミニウム焼結体板に所定の接着層を介して他の窒化アルミニウム焼結体板を積層し、脱脂した後、2段で焼結を行うことにより、極めて低いシート抵抗値を有する焼結金属層が形成され、焼結金属層の反りも極めて低く抑えられ、さらには焼結金属層と焼結体板との接合強度も高い窒化アルミニウム接合体を開発す

ることに成功した。

即ち、本発明によれば、互いに接合された2枚の窒化アルミニウム焼結体板と、その接合面に形成されている厚み15～100μmのタンゲステン又はモリブデン製の焼結金属層とからなる窒化アルミニウム接合体において、

前記焼結金属層のシート抵抗値が1Ω／□以下であり、該焼結金属層の反りが100μm／100mm以下に抑制され、且つ前記接合面における該焼結金属層と窒化アルミニウム基板との間のシェア強度が4kg/mm<sup>2</sup>以上であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体が提供される。

本発明の接合体においては、前記接合面での焼結金属層の面積率が50～90%の範囲にあることが好ましい。

本発明によれば、また、

2枚の窒化アルミニウム焼結体板を用意する工程；

一方の窒化アルミニウム焼結体板の表面に凹部を形成する工程；

平均粒径(D<sub>50</sub>)が3.5μm以下のタンゲステン粉末又はモリブデン粉末を導体成分として含有する導電性ペーストを、前記凹部に充填する工程；

前記導電性ペーストが充填されている窒化アルミニウム焼結体板の表面の全面に、窒化アルミニウムを接着成分として含有する接着ペーストを塗布して接着層を形成する工程；

前記導電性ペースト及び接着ペーストの脱脂処理を行う工程；

他方の窒化アルミニウム焼結板を、前記窒化アルミニウム焼結体の接着層が形成されている面に、0.5～10MPaの圧力で圧接させながら、1600～1700°Cの温度で0.5～4時間加熱して一次焼結を行う工程；及び、

前記一次焼結に引き続いて、1800°C～1900°Cの温度で2～8時間加熱して二次焼結を行う工程；

からなることを特徴とする窒化アルミニウム接合体の製造方法が提供される。

かかる製造方法においては、前記導電性ペーストを、固形分換算で、前記凹部の体積の1.05～1.5倍の量で前記凹部に充填することが好ましい。

本発明の窒化アルミニウム(AIN)接合体は、焼結金属層の反りが小さく抑えられていることから、特に静電チャックとして好適に使用され、半導体ウエハーの裏面全体を均一に吸着保持することが可能である。

また、内部の焼結金属層が緻密な組織で、シート抵抗値が $1\Omega/\square$ 以下であり、従来公知のAIN接合体に比して、焼結金属層は極めて高い導電性を示す。さらには、接合面における焼結金属層とAIN焼結板基板とのシェア強度も極めて高い。従って、本発明のAIN接合体は、静電チャックとして使用した場合、最新鋭の半導体製造装置で長期間繰り返して使用しても、ジュール熱の局部的発生や焼結金属層内での電気放電が抑えられ、長期間にわたって安定した性能を発揮することが可能である。

#### [図面の簡単な説明]

図1は、本発明の窒化アルミニウム接合体の一例の部分破断斜視図である。

図2は、図1の窒化アルミニウム接合体の側断面図である。

図3は、焼結金属層の反りの測定方法を示す概念図である。

#### [発明を実施するための最良の形態]

以下、本発明を図面に従って詳細に説明するが本発明の態様は、かかる図面に示されたものに何ら限定されるものではない。

##### (窒化アルミニウム接合体)

図1及び図2において、本発明のAIN接合体は、2枚の窒化アルミニウム(AIN)焼結体板1-a、1-bを接合したものであり、その接合界面に焼結金属層2が形成されている。尚、図示されていないが、例えば焼結体板1-aには、一般に、スルーホールに導体ペーストを充填することにより形成されたピアホール導体が設けられており、このピアホール導体を介して焼結金属層2に通電されるようになっている。

AIN焼結体板1-a、1-bは、一般に、 $1 \sim 100\text{mm}$ 、好ましくは $5 \sim 50\text{mm}$ の厚みを有している。2枚のAIN焼結体板は、同じ厚みを有するものでも良いが、静電チャックとして使用する場合には、一般には、ウエハー載置面側(吸着面側)で誘電層として機能するAIN焼結体板1-bを薄く、他方のAIN焼結体板1-aは、強度を維持するために厚くすることが好ましい。特に誘電層として機能するAIN焼結体板1-bの厚みは、 $1 \sim 20\text{mm}$ 程度が好適である。

また、AIN焼結体板の平面形状は、例えば、静電チャックとして使用する場合、円形が一般的である。

本発明において、焼結金属層2は、前記静電チャックの用途において、電極の回路パターンを形成するものであり、図1に示すように単純にベタのパターンで存在する場合もあるし、線状のパターンで存在する場合もある。

この焼結金属層2は、タングステン又はモリブデンの如き高融点金属の粉末を焼結することにより形成される。即ち、焼結金属層2を低融点金属を用いて形成すると、焼結に際して、かかる金属がAIN焼結体板中に拡散し、AIN焼結体板の体積抵抗値が小さくなる（誘電率が低下する）ことがある。また、AIN焼結体板の接合界面の全体に低融点金属が流れ、静電チャックとして用いた時、外部へ電流がリークすることもある。このため、焼結金属層2は、高融点金属であるタングステン又はモリブデンにより形成される。

焼結金属層2が接合面に占める面積率は、ウェハーの裏面全体を吸着保持するという点で、50～90%、特に60～80%の範囲にあることが好ましい。このように、高い面積率で焼結金属層2を形成した場合には、反りを生じ易くなるが、後述するように、本発明では、このような反りは有効に抑制されている。

焼結金属層2の厚みは、15～100μm、特に20～90μmの範囲にあるべきである。即ち、焼結金属層2の厚みが、15μmより薄い場合、シート抵抗値を十分低くすることが困難となり、また、その厚みが100μmを越えた場合、シート抵抗値の向上効果が頭打ちとなるばかりでなく、反りの抑制が困難となってしまう。さらに、この焼結金属層2は、上記のように厚く形成されるため、AIN焼結体板1-aに形成されている凹部3に埋め込まれた形態を有している。

本発明のAIN接合体は、後述する方法により製造されているため、従来公知のものにはみられない優れた特性を有している。即ち、焼結金属層2のシート抵抗値が低く、しかも、シート抵抗値が低いにもかかわらず、さらには焼結金属層2が厚く且つ高い面積率で形成されているにもかかわらず、反りが有効に抑制されている。また、接合面での焼結金属層2とAIN焼結体板1-bとの接合強度が高い。

例えば、焼結金属層2のシート抵抗値は、その厚みを厚くすることによってある程度は低下せしめることができるが限界があるが、後述するように、本発明における焼結金属層2は、粒径の小さな金属(WまたはMo)粉末を含む導電性ペーストを用いての焼成により形成されているため、焼結金属層2のシート抵抗値は、 $1\Omega/\square$ 以下、特に $1 \times 10^{-1}\Omega/\square$ 以下であり、極めて高い導電性を示す。尚、かかるシート抵抗値の下限は、焼結金属層2を構成する高融点金属の理論抵抗値と層の厚みとによって自ずと決まつてくるが、一般には、 $1 \times 10^{-3}\Omega/\square$ である。

また、既に概説したが、小粒径の金属粉末を含有する導電性ペーストを用いて焼結金属層を形成する場合には、焼結金属層の反りは大きくなり、さらに焼結金属層2の厚みや面積率を大きくする場合にも、焼結金属層2の反りが大きくなる。しかるに、後述するように、所定の接着剤を用い且つ2段での焼結により2枚のAIN焼結体板1-a, 1-bの接合を行う本発明では、焼結金属層2の反りを著しく抑制することができる。

このような焼結金属層2の反り(W)は、図3に示すように、焼結金属層2に対して直交する切断面において、焼結金属層2の両端点を結ぶ直線(一点鎖線)と焼結金属層2との最大距離R( $\mu m$ )を測定し、この最大距離Rと端点間の長さL( $mm$ )とから、下記式によって算出される。

$$W(\mu m/100mm) = (R/L) \times 100$$

即ち、本発明のAIN接合体では、上記式により算出される焼結金属層2の反りが $100\mu m/100mm$ 以下、特に $70\mu m/100mm$ 以下である。例えば、従来公知のAIN接合体では、反りはある程度低いものが提案されているが、そのシート抵抗値は高々 $3\Omega/\square$ 程度であり、静電チャックとして十分満足されるものではなく、本発明のように、シート抵抗値が極めて低いにもかかわらず( $1\Omega/\square$ 以下)、反りが著しく抑制されているAIN接合体は、従来には全く知られていない。

さらに、本発明においては、接合面での焼結金属層2とAIN焼結板1-bとの接合強度が極めて高い。この接合強度は、ダイシェアテスターによって測定されるシェア強度で評価することができ、本発明のAIN接合体では、焼結金属層2とAIN焼結板1-bとのシェア強度は、後述する実施例にも示され

ているように、4.0 kg/mm<sup>2</sup>以上、特に5.0 kg/mm<sup>2</sup>乃至8.0 kg/mm<sup>2</sup>の範囲にある。即ち、焼結金属層は、金属の酸化を回避するために、カーボン炉内での焼成により形成されるため、焼結金属層表面のカーバイド化を生じる。このため、従来公知のAIN接合体では、焼結金属層とAIN焼結板との接合強度が低いが、後述する本発明方法では、焼結金属層表面のカーバイド化が有効に防止されるため、上記のような高いシェア強度を確保することができる。

#### (窒化アルミニウム接合体の製造方法)

本発明のAIN接合体は、あらかじめ製造された2枚の窒化アルミニウム焼結体板を用意し、凹部形成、導電性ペーストの凹部への充填、接着層の形成、脱脂処理、及び2段での焼結によって両者を接合することにより製造される。

#### <窒化アルミニウム焼結体板>

AIN焼結体板としては、一般に、焼結助剤の含有率が1重量%以下、好ましくは、0.5重量%以下のものを使用することが、後記する温度下での焼結によって確実に接合を行うために好ましい。また、前記したように、接合するAIN焼結体板は、両方が同一の厚みのものでもよいし、異なっていてもよい。

AIN焼結体板の製造方法は特に制限されないが、一般的には、AIN粉末100重量部に、アクリルバインダーの如き有機バインダー2~5重量部と、必要に応じて、長鎖炭化水素エーテル系分散剤の如き分散剤0.3~1.0重量部、エタノールの如き分散媒を10~20重量部を添加、混合してスラリーを調製し、このスラリーを板状に成形し、次いで、有機バインダー等を分解除去(脱脂)し、次いで焼成することにより製造される。

前記成形は、例えばスラリーを、スプレードライヤーを用いて造粒した後、造粒粉末を金型成型し、その後、冷間静水圧プレス法により成形する方法が好適である。また、脱脂は、空気中550~650°Cで行われ、焼成は、窒素雰囲気中、1850~1900°Cで行なうことが好ましい。

また、上記のようにして得られた焼結体板の表面は、面粗さRa(平均粗さ):0.8 μm以下となるように研削加工を施すことが、後記の焼結金属層と窒化

アルミニウム、更には窒化アルミニウム焼結体板同士を強固に接合するのに望ましい。

#### <凹部形成工程>

上述の方法によって得られた窒化アルミニウム焼結体板の一方の表面（接合面）に、焼結金属層2を存在させる範囲（パターン）で凹部3を形成する。この凹部3は、2枚の窒化アルミニウム焼結体板の内、厚みが厚い焼結体板（図1において1-aで示す窒化アルミニウム焼結体板）の表面に形成することが好ましい。また、凹部3の深さは、形成する焼結金属層2の厚みに対応して決定され、例えば15～100μmの範囲に設定される。

このような凹部3の形成は、サンドブラスト、マシニング等の公知の方法によって行うことができる。

#### <導電性ペーストの充填工程>

次いで、上記凹部3内に焼結金属層2を形成するための導電性ペーストを充填する。即ち、この導電性ペーストは、導体成分としてタンゲステン粉末或いはモリブデン粉末（以下、単に金属粉と呼ぶ）を含有するが、かかる金属粉末としては、例えばレーザ回折散乱法で測定される体積基準平均粒径（D<sub>50</sub>）が3.5μm以下、好ましくは1～3μmの微粉末を用いることが重要であり、このような微細な金属粉末を用いることにより、焼結金属層2を緻密化し、シート抵抗値を前述した範囲に低減することができる。例えば、この平均粒径粒径が3.5μmを超えると、焼結金属層2の緻密化が困難となり、焼結金属層2内に空孔が生じるためにシート抵抗値が大きくなる。

また、上記金属粉末においては、粒径10μm以上の粗粒の含有率が1%以下であることが好ましい。粗粒が多く存在すると、焼結金属層2の内部に多くの空孔が残り、焼結金属層2の内部で異常放電を起こすことがあるからである。

さらに、上記金属粉末のBET比表面積は、0.1m<sup>2</sup>/g以上、特に0.1～1.3m<sup>2</sup>/gの範囲にあることが好ましい。比表面積が上記範囲よりも小さい場合、金属粒子間の接触面積が小さくなり、焼結性が悪くなり、焼結金属層2中に空孔を残し易くなる傾向があるからである。

上記の導電性ペーストは、公知の手段により調製され、例えば前記金属粉に、ターピネオール(terpineol)などの溶媒、及び必要によりエチルセルロースの如き

分散剤を混合することにより調製される。溶媒は、通常、前記金属粉100重量部当り、12～18重量部の量で使用され、分散剤は、1～5重量部程度の量で使用される。導電性ペーストの凹部3への充填は、一般に、塗布、スクリーン印刷等により行われる。

また、導電性ペーストの充填量は、乾燥後の固形分換算で、凹部3の体積当たり、1.05～1.5倍、好ましくは、1.1～1.3倍とすることが好ましい。即ち、小粒径の金属粉を含む導電性ペーストは、収縮性が激しく、凹部3の体積よりも若干多めに充填することにより、かかる収縮を緩和し、得られるAIN接合体の反りを一層防止することができる。

#### <接着層形成工程>

本発明においては、AIN焼結体板1-aの凹部3に上記導電性ペーストを充填し、乾燥した後、該ペースト充填面を含むAIN焼結体板1-aの表面全面（接合面）に、窒化アルミニウムを接着成分として含有する接着ペーストを塗布して接着層を形成することが重要である。即ち、従来公知の製造方法では、導電性ペースト（金属粉末）の焼成を行って焼結金属層2を形成した後に接着層を形成し、AIN焼結体板を接合していたが、本発明では、導電性ペーストの焼成に先立って接着層を形成し、接着層が形成されている状態で、AIN焼結体板1-bを貼り付けて焼結を行うのである。

既に説明したように、導体成分として微細な粒径の金属粉末を含有する導電性ペーストを使用し、このような導電性ペースト（金属粉末）を焼成することにより焼結金属層2を形成する場合には、焼成時の収縮が大きく、このような収縮は、焼結金属層2に大きな反りを生じせしめてしまう。焼結金属層2に大きな反りが生じてしまうと、引き続いて行われるAIN焼結体板1-bの接合が困難となり、また接合できたとしても、得られる接合体に反りが残ってしまう。しかるに、本発明では、導電性ペースト中の金属粉末が焼結する過程での収縮によって接合界面に生じる隙間が接着層により補完され、この結果、上記の反りを有効に抑制することが可能となるのである。

また、上記接着層は、AIN焼結体板に対する濡れ性が高く、さらに後述する焼結によってAIN焼結体板と一体化する。従って、AIN焼結板同士の接合をより強固なものとすることができます。しかも、本発明においては、接着層

が形成されている状態で導電性ペーストの焼結が行われるため、焼結金属層2とAIN焼結体板1-bとの接合強度を著しく高めることができる。即ち、導電性ペーストの焼成は、金属粉末やAIN焼結体の酸化を防止するために還元性雰囲気下で行われ、例えばカーボン炉中で行われる。従って、接着層が存在しない状態で導電性ペーストの焼成が行われると、金属粉末の酸化は防止されても、得られる焼結金属の表面はカーバイド化してしまい、この結果、AIN焼結板1-bと焼結金属層2との接合強度が低下してしまう。しかるに、本発明では、導電性ペーストの上に接着層が形成されているため、この接着層が保護層として作用し、焼結金属層2表面のカーバイド化を抑制でき、焼結金属層2とAIN焼結板1-bとの接合強度を高め、例えばシェア強度を前述した範囲に向上させることが可能となるのである。

本発明において、上記のような接着層の形成に用いる接着ペーストは、窒化アルミニウム粉末を、前述した導電性ペーストと同様、ターピオネール等の溶媒、及び必要によりエチルセルロース等の分散剤を混合することにより調製される。溶媒や分散剤の配合量も、前述した導電性ペーストと同様の範囲でよい。また、用いるAIN粉末は、前述した金属粉末と同様、微細な粒径の粉末であることが反り防止効果の点で好ましく、その平均粒径( $D_{50}$ )は、 $3\sim5\mu\text{m}$ 以下、特に $1\sim3\mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましく、さらに粒径が $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒分含量が1%以下であることが好ましい。このような微細なAIN粒子は、焼結金属層2の表面やAIN焼結基板表面に対して高いアンカー効果を示し、高い接合強度を発現させる上で極めて有利である。

上記の接着ペーストによる接着層の形成は、前記導電性ペーストを充填する場合と同様、塗布或いは印刷による方法が採用される。また、接着層の厚みは、 $10\sim100\mu\text{m}$ が適当である。

#### <脱脂工程>

本発明においては、上記接着層をAIN焼結基板1-aの接合面の全面に形成した後、導電性ペースト及び接着層(接着ペースト)の脱脂を行なう。

かかる脱脂の条件は、窒素雰囲気下、温度 $850\sim950^\circ\text{C}$ 、好ましくは、 $880\sim930^\circ\text{C}$ が適当であり、通常、2~5時間程度である。

#### <焼結工程>

本発明においては、上記の脱脂後、他方のAIN焼結板1-bを、脱脂処理された接着層が形成されているAIN焼結板1-aの接合面に積層し、焼結を一次焼結及び二次焼結の2段階で行う。

先ず、一次焼結工程では、0.5～10MPa、特に1～30MPaの圧力でAIN焼結板1-bを圧接しながら、1600～1700°C、特に1650～1700°Cの温度で、0.5～4時間、特に1～2時間の加熱処理により行われる。

また、引き続いての二次焼結工程は、上記のようにAIN焼結板1-bを圧接したままの状態で、1800°C～1900°C以下、特に1850～1890°Cの温度で、2～8時間、特に4～6時間の加熱処理により行われる。

このような2段での焼結工程により、導電性ペースト中の金属粉末(W粉末またはM〇粉末)及び接着層中のAIN粉末の焼結が行われ、前述した特性を有する本発明のAIN接合体が得られる。

即ち、本発明では、焼結が2段で行われているため、金属粒子の焼結が徐々に進行し、このため収縮が一挙に進行することがない。従って、この収縮によって接合界面に生成する隙間を接着層中のAIN粒子が埋めることとなり、このようなAIN粒子の補完によって反りを有効に抑制することができる。また、一次焼結工程の加熱により、接触している焼結体粒子同士が弱く接合し、このためAIN焼結基板1-bが仮固定され、この状態で二次焼結工程でより強固な接合が形成される。即ち、二次焼結工程における大きな収縮は、仮固定されているAIN焼結基板1-bによって抑制されることとなり、このような収縮抑制によっても焼結金属層2の反りを抑制できるものと推定される。

さらには、AINの微細粉末を含む接着層の存在下で2段での焼結を行うため、このような接着層のアンカー効果により、AIN焼結体板同士の接合はもとより、焼結金属層2とAIN焼結板1-bとの接合界面も隙間なく緻密な界面を有するものとなり、高い接合強度を確保することが可能となる。

例えば、一次焼結を行わず、温度を一気に二次焼結工程の温度まで昇温して焼結を行った場合には、金属粉末の収縮(即ち、焼結金属層2の収縮)が一挙に進行し、この結果、焼結金属層2や得られる接合基板に大きな反りが発生してしまう。また、一次焼結工程の加熱時間が上記範囲より短い場合にも同様の

問題を生じる。尚、一次焼結工程の温度が上記範囲よりも低い場合には、一次焼結を行わない場合と同様である。さらに、一次焼結工程の時間が上記範囲よりも長い場合には、焼結金属層2中の金属(WまたはM○)のAIN焼結体基板1-a, 1-b内への拡散が進行し、焼結金属層2の分布が不均一となり、得られる接合体は、特に静電チャックとしての用途には不適当なものとなってしまう。

二次焼結工程の温度が上記範囲よりも低い場合には、AIN焼結体板1-bが接合しなくなってしまう。また、二次焼結工程の温度が、前記範囲より高い場合にも、焼結金属層2中の金属のAIN焼結体板への拡散が進み、焼結金属層2の分布が不均一となり、焼結金属層2の反りが大きくなり、接合体自体の反りも大きくなってしまう。二次焼結工程の温度が上記範囲よりも低い場合には、焼結金属層2が緻密化せず、シート抵抗値が大きくなってしまう。さらに、二次焼結工程の時間が上記範囲より短い場合は、接合不充分により、接合界面で容易に剥離するという問題が生じ、上記範囲より長い場合は、反りが大きくなってしまう。

また、一次焼結工程及び二次焼結工程の加熱を通じて、AIN焼結体板の接合面に作用する圧力が、前記範囲より小さい場合は、接合力が低下し、また、強すぎる場合は、焼結体板の破損が起こり、歩留りが低下する。

さらに、一次焼結工程及び二次焼結工程は、焼結金属やAINの酸化を防止するために、カーボン含有の還元性雰囲気で行われるが、本発明では、焼結工程時に焼結金属層2を形成する導電性ペーストの上に接着層が形成されているため、カーボン雰囲気での焼成による焼結金属層2表面のカーバイド化を効果的に回避することができる。即ち、このようなカーバイド化による接合力低下を防止することができるため、本発明のAIN接合体では、焼結金属層2とAIN焼結体1-bとの接合力が高く、極めて高いシェア強度を示す。

このようにして得られる本発明のAIN接合体は、特に静電チャックとして有用であるが、他の用途、例えばヒータ(焼結金属層2が発熱板として機能する)としても使用することができる。

また、本発明のAIN接合体は、図1に示されているように、2枚のAIN焼結体板の間に焼結金属層が挟まれた構造のまま静電チャック等の用途に使用

することができるが、このような接合体の上に更に焼結金属層を挟むようにしてAIN焼結体板を接合して3枚のAIN焼結体板を接合した3層構造の接合体として使用することもできるし、このような接合を順次繰り返してさらに多層構造の接合体として使用することも可能である。さらには、2枚のAIN焼結体板の間に焼結金属層が挟まれた構造の接合体を1単位とし、このような1単位の接合体同士を接合した多層構造の接合体として使用に供することもできる。

## [実施例]

以下、実施例及び比較例を挙げ本発明の効果をより詳しく説明する。

尚、以下の例で示されるA I N接合体の諸特性は、下記のようにして測定した。

### <焼結金属層の反り>

円盤状の接合体を4分割して各断面について、焼結金属層の両端点を結んだ線から焼結金属層までの距離をデジタル式メジャースコープを用いて測定し、その最大値Rをとり、下記式によって、反りWを算出した。(Lは、両端点の間隔である。)

$$W (\mu\text{m}/100\text{mm}) = (R/L) \times 100$$

### <シート抵抗値>

A I N接合体におけるA I N焼結基板の一面を、内部の焼結金属層が表面に現れるまで研削し、現れた焼結金属層のシート抵抗値を4探針法にて測定した。

### <シェア強度>

ダイシェアテスターにより、接合面での焼結金属層とA I N焼結体板とのシェア強度を測定した。

### <吸着力及び耐久性評価>

A I N接合体のA I N焼結体板の一面を、焼結金属層からの厚みが0.8mmの厚みになるように研削して誘電層を形成させ、反対側のA I N焼結体板の中央に、焼結金属層まで直径5mmの穴を開け、直流電圧を印加できるようリード線を接続した。この接合体を真空チャンバーの中にセットし、誘電層表面にアース接続したシリコンウェハーを載せ、チャンバー内を10mTorrまで減圧した後、室温下で1.5kVの電圧を焼結金属層に印加しながら、シリコンウェハーを上部へ引張り、外れたときの強度を吸着力とした。

また耐久性評価は、3kVの直流電圧を焼結金属層に10秒間かけることを100回繰り返し、誘電層の絶縁破壊の有無を確認した。

### <A I N焼結板の接合状態>

接合体の中心から外側に向かって、角度90度間隔で4箇所の切断面を取り、該切断面の窒化アルミニウム焼結板同士の界面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて、倍率600倍で連続的に写真撮影した。その後上記写真を基に、接

合界面にかかる長さが $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上の空孔の総数Vを求め、下記式によって、 $100\text{ mm}$ 長さ内の空孔数を算出し、その値に基づいて、AIN焼結板の接合状態について、下記のような評価を行った。

$$100\text{ mm} \text{長さ内の空孔数} = (V/D) \times 100$$

ただし、Dは、SEM観察を行った領域の長さ (mm) である。

評価：

O： $100\text{ mm}$ 長さ内の空孔数が5未満である（接合状態が良好）。

×： $100\text{ mm}$ 長さ内の空孔数が5未満である（接合状態がよくない）。

実施例において、AIN焼結体板、焼結金属層形成のためのW粉末、Mo粉末、及び接着ペースト形成のためのAIN粉末としては、以下のものを使用した。尚、平均粒径は、レーザ回折散乱法により測定した体積基準径 ( $D_{50}$ ) である。

#### <AIN焼結体板（円板形状）>

（株）トクヤマ製SH-50

直径： $215\text{ mm}$

厚み： $12\text{ mm}$

Y含量（焼結助剤）：0.02重量%

表面粗さRa：0.4  $\mu\text{m}$

#### <W粉末>

（株）アライドマテリアル製C30

平均粒径： $2.2\text{ }\mu\text{m}$

粗粒分（粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上）：5.0重量%以下

#### <Mo粉末>

東京タンクスチタン株式会社製TMO-20

平均粒径： $2.2\text{ }\mu\text{m}$

粗粒分（粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上）：5.0重量%以下

#### <AIN粉末>

（株）トクヤマ製Hグレード

平均粒径： $1.5\text{ }\mu\text{m}$

粗粒分（粒径  $10 \mu m$  以上）：5.0 重量%以下

### 実施例 1

AIN焼結体板の一方面に、外周から  $10 mm$  幅を残してサンドブラストにより、深さ  $40 \mu m$  の凹部を形成した。その後、W粉末に、分散剤としてエチルセルロース（日新化成（株）製エトセル）、及び溶媒としてターピネオール（ヤスハラケミカル（株）製）を加えて導電性ペーストを調製した。この導電性ペーストの組成は、W粉末 100 重量部、分散剤 2.1 重量部、溶媒 15.7 重量部である。

この導電性ペーストを、スクリーン印刷法により、上記の凹部に充填し、このAIN焼結体板を、乾燥機で  $80^{\circ}C$ 、30 分間乾燥させた。凹部の体積に対するペーストの乾燥後の固形分体積は、1.3 倍であった。

次いで、AIN粉末に、エチルセルロース及びターピネオールを加えて接着ペーストを調製した。この接着ペーストの組成は、AIN粉末 100 重量部、分散剤 3 重量部、溶媒 70 重量部である。

上記の接着ペーストを、導電性ペーストが印刷されているAIN焼結板の表面全体にスクリーン印刷により施し、厚みが  $20 \mu m$  程度の接着層を形成した。その後、 $80^{\circ}C$ 、30 分間乾燥した後、電気炉で  $900^{\circ}C$ 、2 時間脱脂した。

次いで、凹部加工を施していないAIN焼結体板を、上記AIN焼結体板の接着層面に重ね、カーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重  $8.6 t f$ （圧力  $2.4 MPa$ ）をかけながら、カーボン含有の窒素気流中  $1650^{\circ}C$  で 2 時間保持して一次焼結を行った後、昇温速度  $10^{\circ}C / 分$  で  $1850^{\circ}C$  まで昇温し、4 時間保持して二次焼結を行った。室温まで冷却後、炉から取り出し、AIN接合体を得た。このAIN接合体の製造条件は、表 1 に示した。

得られたAIN接合体について、前述した方法で各種特性を測定し、その結果を表 2 に示した。

### 実施例 2 ~ 9

凹部の深さ、凹部への導電性ペーストの充填量、或いは焼結条件を表 1 に示

すように変更した以外は、実施例 1 と同様にして AIN 接合体を製造した。得られた AIN 接合体の各種特性を実施例 1 と同様にして測定し、その結果を表 2 に示した。

#### 実施例 10

W 粉末の代わりに Mo 粉末を使用し、表 1 に示す条件を採用した以外は実施例 1 と同様にして AIN 接合体を製造した。得られた AIN 接合体の各種特性を実施例 1 と同様にして測定し、その結果を表 2 に示した。

#### 比較例 1 ~ 4

凹部の深さ、凹部への導電性ペーストの充填量、或いは焼結条件を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 1 と同様にして AIN 接合体を製造した。得られた AIN 接合体の各種特性を実施例 1 と同様にして測定し、その結果を表 2 に示した。

尚、比較例 3 では、衝撃により AIN 焼結体板が容易に剥離してしまったため、吸着力及び耐久性の評価は行わなかった。

#### 比較例 5

W 粉末として、平均粒径が 5.1  $\mu\text{m}$  で粗粒分（粒径 10  $\mu\text{m}$  以上）が 15 重量 % のものを使用した以外は、実施例 1 と同様にして AIN 接合体を製造した。得られた AIN 接合体の各種特性を実施例 1 と同様にして測定し、その結果を表 2 に示した。

#### 比較例 6

導電性ペーストの充填量を凹部体積の 1.1 倍に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、AIN 焼結体板の凹部に導体ペーストを充填した。次いで、900 °C、2 時間で脱脂処理を行った後、1750 °C で 3 時間加熱して、焼結金属層を形成した。このときの AIN 焼結体板の反りは、580  $\mu\text{m} / 100 \text{ mm}$  であった。

次いで、上記の AIN 焼結体板の焼結金属層が存在する面全面に、実施例 1

と同様にして接着ペーストを塗布し、この接着層上に、凹部を形成していないAIN焼結体板を重ねてカーボン製試料治具にて固定し、ホットプレス炉に入れた。その後荷重8.6t f（圧力2.4MPa）をかけながら、窒素気流中1650°Cで2時間保持した後、昇温速度10°C／分で1850°Cまで昇温後、4時間保持した後、室温まで冷却後、炉から取り出し、AIN接合体を得た。このAIN接合体の各種特性を実施例1と同様にして測定し、その結果を表2に示した。

尚、このAIN接合体では、耐久性試験において、8回目の電圧印加時に接合界面から電流がリークしてしまい、電圧印加が行えなくなった。

表 1

	金属の種類	金属粉未粒径 μm	凹部深さ μm	凹部体積に対するペースト固形分 体積比	接合前 金属層焼結 工程の有無	一次焼結 温度 ℃	一次焼結 時間 時間	二次焼結 温度 ℃	二次焼結 時間 時間	圧力 MPa
実施例1	W	2. 2	40	1. 3	無	1650	2	1850	4	2. 4
実施例2	W	2. 2	40	1. 2	無	1600	2	1850	4	2. 4
実施例3	W	2. 2	40	1. 3	無	1700	2	1850	4	2. 4
実施例4	W	2. 2	40	1. 2	無	1650	2	1800	4	2. 4
実施例5	W	2. 2	40	1. 2	無	1650	2	1900	4	2. 4
実施例6	W	2. 2	40	1. 3	無	1650	2	1850	4	2. 4
実施例7	W	2. 2	20	1. 2	無	1650	2	1800	4	2. 4
実施例8	W	2. 2	80	1. 1	無	1650	2	1900	4	2. 4
実施例9	W	2. 2	40	1. 1	無	1650	2	1850	4	4. 0
実施例10	Mo	2. 2	40	1. 2	無	1600	2	1800	4	2. 4
比較例1	W	2. 2	5	1. 1	無	1600	2	1800	4	2. 4
比較例2	W	2. 2	120	1. 1	無	1650	2	1850	4	2. 4
比較例3	W	2. 2	40	1. 2	無	1650	2	1750	4	2. 4
比較例4	W	2. 2	40	1. 2	無	1650	2	1950	4	2. 4
比較例5	W	5. 1	40	1. 3	無	1650	2	1850	4	2. 4
比較例6	W	2. 2	40	1. 1	有 <sup>*)</sup>	1650	2	1850	4	2. 4

\* 1) 1750℃で3時間焼成

表 2

	接合 状態	焼結金 属層厚 み $\mu\text{m}$	焼結 金属層 反り $\mu\text{m}/100\text{mm}$	焼結金属層 シート抵抗 $\Omega/\square$	吸着力 $\text{g}/\text{cm}^2$	耐久性評価 (絶縁破壊 の有無)	シェア強度 $\text{kg}/\text{mm}^2$
実施例 1	○	40	30	$4.1 \times 10^{-3}$	230	無	6.5
実施例 2	○	40	29	$4.0 \times 10^{-3}$	230	無	6.3
実施例 3	○	40	32	$4.1 \times 10^{-3}$	230	無	7.1
実施例 4	○	40	25	$4.0 \times 10^{-3}$	220	無	5.8
実施例 5	○	40	50	$3.8 \times 10^{-3}$	240	無	7.5
実施例 6	○	40	30	$4.0 \times 10^{-3}$	230	無	6.8
実施例 7	○	20	30	$6.0 \times 10^{-3}$	210	無	5.5
実施例 8	○	80	50	$3.0 \times 10^{-3}$	240	無	5.9
実施例 9	○	40	30	$4.0 \times 10^{-3}$	230	無	6.3
実施例 10	○	40	29	$4.5 \times 10^{-3}$	220	無	7.0
比較例 1	○	5	32	1.2	29	有(8回目)	1.3
比較例 2	×	120	750	1.1	35	有(5回目)	0.5
比較例 3	×	40	42	3.0	—	—	—
比較例 4	○	40	620	$4.0 \times 10^{-3}$	62	無	1.0
比較例 5	×	40	40	3.3	13	有(5回目)	0.9
比較例 6	○	40	530	$0.6 \times 10^{-2}$	50	有(8回目)	1.2

## 請求の範囲

1. 互いに接合された2枚の窒化アルミニウム焼結体板と、その接合面に形成されている厚み15～100μmのタングステン又はモリブデン製の焼結金属層とからなる窒化アルミニウム接合体において、

前記焼結金属層のシート抵抗値が1Ω／□以下であり、該焼結金属層の反りが100μm／100mm以下に抑制され、且つ前記接合面における該焼結金属層と窒化アルミニウム基板との間のシェア強度が4kg/mm<sup>2</sup>以上であることを特徴とする窒化アルミニウム接合体。

2. 前記接合面での焼結金属層の面積率が50～90%である請求の範囲1記載の窒化アルミニウム接合体。

3. 2枚の窒化アルミニウム焼結体板を用意する工程；

一方の窒化アルミニウム焼結体板の表面に凹部を形成する工程；

平均粒径(D<sub>50</sub>)が3.5μm以下のタングステン粉末又はモリブデン粉末を導体成分として含有する導電性ペーストを、前記凹部に充填する工程；

前記導電性ペーストが充填されている窒化アルミニウム焼結体板の表面の全面に、窒化アルミニウムを接着成分として含有する接着ペーストを塗布して接着層を形成する工程；

前記導電性ペースト及び接着ペーストの脱脂処理を行う工程；

他方の窒化アルミニウム焼結板を、前記窒化アルミニウム焼結体の接着層が形成されている面に、0.5～10MPaの圧力で圧接させながら、1600～1700°Cの温度で0.5～4時間加熱して一次焼結を行う工程；及び、

前記一次焼結に引き続いて、1800°C～1900°Cの温度で2～8時間加熱して二次焼結を行う工程；

からなることを特徴とする窒化アルミニウム接合体の製造方法。

4. 前記導電性ペーストを、固形分換算で、前記凹部の体積の1.05～1.5倍の量で前記凹部に充填する請求の範囲3に記載の窒化アルミニウム接合体の製造方法。

図 1

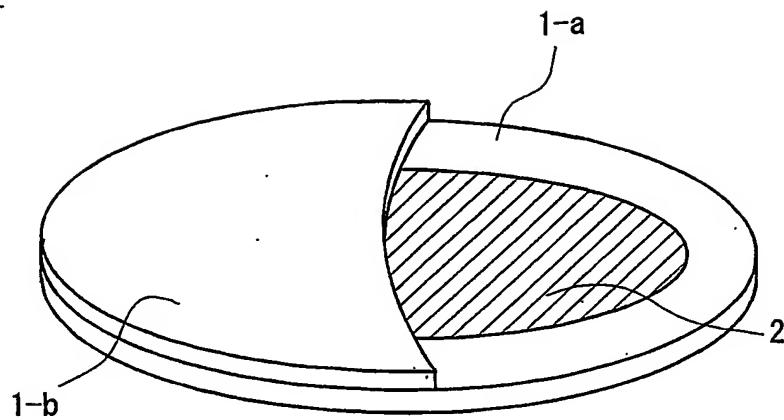


図 2

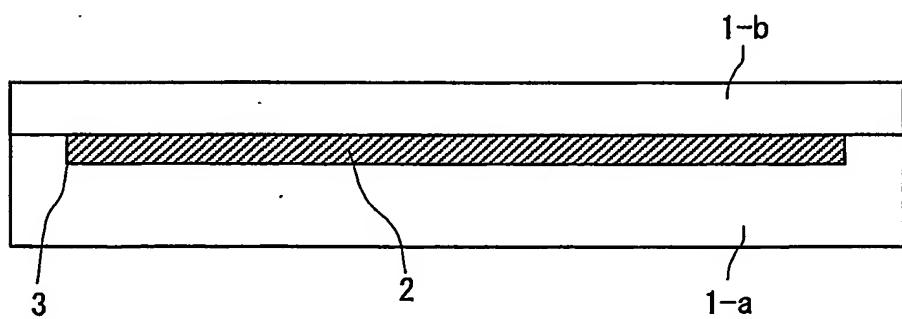
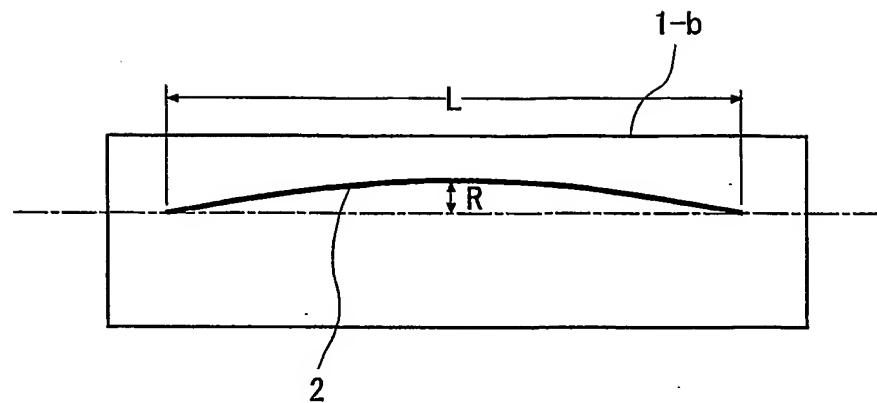


図 3



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/016352

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
Int.Cl<sup>7</sup> C04B37/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C04B37/00, H01L21/68

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
 Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-58631 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 25 February, 2000 (25.02.00), Claims; Par. Nos. [0059] to [0067] & EP 940845 A2 & US 2003/66587 A1	1-4
A	JP 2002-176096 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 21 July, 2002 (21.06.02), Par. Nos. [0036], [0040] & JP 2002-173378 A Par. Nos. [0041] to [0044]	1-4
A	JP 10-273370 A (NGK Insulators, Ltd.), 13 October, 1998 (13.10.98), Claims & EP 856499 A2 & US 6261708 B1	3-4

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
26 November, 2004 (26.11.04)

Date of mailing of the international search report  
28 December, 2004 (28.12.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/016352

**C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-167850 A (NGK Insulators, Ltd.), 23 June, 1998 (23.06.98), Claims; Par. Nos. [0056], [0058] & EP 836221 A2 & US 6447626 B1	3-4

## A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int. C17 CO4B37/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int. C17 CO4B37/00, H01L21/68

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年

## 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-58631 A (住友電気工業株式会社) 2000. 02. 25, 特許請求の範囲, [0059] - [0067] & EP 940845 A2 & US 2003/66587 A1	1-4
A	JP 2002-176096 A (東芝セラミックス株式会社) 2002. 06. 21, [0036], [0040] & JP 2002-173378 A, [0041] - [0044]	1-4
A	JP 10-273370 A (日本碍子株式会社) 1998. 1	3-4

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

26.11.2004

## 国際調査報告の発送日

28.12.2004

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

村守 宏文

4 T

9729

電話番号 03-3581-1101 内線 6791

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	0. 13, 特許請求の範囲 & EP 856499 A2 & US 6261708 B1  JP 10-167850 A (日本碍子株式会社) 1998. 0 6. 23, 特許請求の範囲, [0056], [0058] & E P 836221 A2 & US 6447626 B1	3-4